
Norme internationale



6713

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Peintures et vernis — Préparation des extraits acides des peintures liquides ou en poudre

Paints and varnishes — Preparation of acid extracts from paints in liquid or powder form

Deuxième édition — 1984-11-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6713:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e42d3a-921a-4c71-81cd-75f0eecdce19/iso-6713-1984>

CDU 667.6 : 543.05

Réf. n° : ISO 6713-1984 (F)

Descripteurs : peinture, vernis, encre d'imprimerie, analyse chimique, dosage, plomb, produit en solution, métal, extrait acide.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6713 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e42d3a-921a-4c71-81cd-750eccc9e9/iso-6713-1984>

La Norme internationale ISO 6713 a été pour la première fois publiée en 1980. Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, dont elle constitue une révision technique.

Sommaire

Page

0	Introduction	1
1	Objet et domaine d'application	1
2	Références	1
3	Définitions	1
3.1	Pigment	1
3.2	Teneur en métaux «solubles» d'une peinture liquide	1
3.3	Teneur en métaux «solubles» d'une peinture en poudre	1
4	Principe	1
5	Échantillonnage	2
6	Séparation du pigment à partir de l'échantillon de peinture liquide	2
6.1	Préparation de l'échantillon pour essai	2
6.2	Réactifs	2
6.3	Appareillage	2
6.4	Mode opératoire	2
6.4.1	Méthode A (peintures diluées au solvant, encres d'imprimerie et produits similaires)	2
6.4.2	Méthode B (peintures émulsion à base de dispersions aqueuses de polymères)	3
6.4.3	Méthode C [plastisols et organosols à base de polychlorure de vinyle (PVC) et de ses copolymères et peintures à base d'autres dispersions non aqueuses de polymères]	3
6.5	Solution d'essai à blanc	3
7	Préparation des peintures en poudre	3
8	Extraction acide des pigments et des peintures en poudre	3
8.1	Préparation du pigment	3
8.2	Méthode pour l'extraction acide des métaux «solubles» [y compris le plomb quand la teneur totale en plomb de la peinture est inférieure à 1 % (<i>m/m</i>)] (rapport masse sur volume 1 : 15)	3

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.itteh.ir)

<https://standards.itteh.ir/standards/iso-6713-1984>

8.3	Méthode pour l'extraction acide du plomb «soluble» [quand la teneur totale en plomb de la peinture est égale ou supérieure à 1 % (<i>m/m</i>)] (rapport masse sur volume 1 : 1 000)	4
8.3.1	Détermination préliminaire du plomb total	4
8.3.2	Extraction	5
8.4	Solution d'essai à blanc	5
9	Préparation de la fraction liquide extraite	6

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6713:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e42d3a-921a-4c71-81cd-75f0eecdce19/iso-6713-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e42d3a-921a-4c71-81cd-75f0eecdce19/iso-6713-1984>

Peintures et vernis — Préparation des extraits acides des peintures liquides ou en poudre

0 Introduction

La présente Norme internationale est à utiliser conjointement avec les parties appropriées de l'ISO 3856.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale décrit des méthodes de préparation des extraits acides utilisés comme solutions d'essai pour la détermination des teneurs en métaux «solubles» des peintures et des produits assimilés, liquides ou en poudre.

Les extraits acides sont préparés dans de l'acide chlorhydrique à 0,07 mol/l qui a été choisi comme une approximation de l'acidité dans l'estomac.

La présente Norme internationale n'est pas applicable aux feuillets secs ou pulvérisés (voir ISO 6714).

AVERTISSEMENT — Les manipulations décrites dans la présente Norme internationale sont complexes et ne peuvent être effectuées que par un personnel ayant une expérience en ces manipulations analytiques. On n'arrivera à une précision acceptable que si toutes les phases de séparation et d'extraction ont été strictement observées.

2 Références

- ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*
- ISO 1512, *Peintures et vernis — Échantillonnage.*
- ISO 1513, *Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons pour essais.*
- ISO 3696, *Eau à usage de laboratoire — Spécifications.*¹⁾
- ISO 3856, *Peintures et vernis — Détermination de la teneur en métaux «solubles».*
- ISO 6714, *Peintures et vernis — Préparation des extraits acides à partir de feuillets secs.*¹⁾

3 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

3.1 pigment : Toute la matière pulvérulente insoluble dans le solvant d'extraction choisi (voir 6.2).

3.2 teneur en métaux «solubles» d'une peinture liquide : Somme de la teneur en métal des pigments qui est soluble dans un acide dilué défini et de la teneur en métal total présent dans la fraction liquide de la peinture.

NOTE — L'acide dilué défini dans le cadre de la présente Norme internationale est de l'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$.

3.3 teneur en métaux «solubles» d'une peinture en poudre : Teneur en métal de la peinture qui est soluble dans un acide dilué défini (voir note de 3.2).

4 Principe

4.1 Dilution d'un échantillon du produit liquide à essayer avec un solvant convenable, suivie de la séparation par centrifugation du pigment de l'échantillon. Trois méthodes de séparation du pigment sont décrites en fonction du liant du produit examiné (voir 6.4).

Extraction avec de l'acide chlorhydrique à 0,07 mol/l du pigment séparé, avec un rapport entre la masse du pigment et le volume d'acide chlorhydrique de 1 : 15, comme décrit en 8.2, sauf pour la détermination du plomb «soluble» lorsque la teneur totale en plomb de la peinture (voir 8.3.1.5) est égale ou supérieure à 1 % (m/m). En ce cas, extraction du pigment séparé à un rapport entre la masse du pigment contenant le plomb dans l'échantillon et le volume d'acide chlorhydrique de 1 : 1 000, comme décrit en 8.3.

NOTE — Dans le cadre de la présente Norme internationale, on suppose que la teneur en plomb des pigments contenant du plomb est de 60 % (m/m). Cela correspond à la teneur de la plupart des chromates de plomb (voir 8.3.2.1).

1) Actuellement au stade de projet.

4.3 Évaporation jusqu'à siccité de la fraction liquide, obtenue par centrifugation (4.1), du produit. Préparation du résidu, en vue d'analyse, par calcination et extraction des cendres par l'acide nitrique.

4.4 Pour les peintures en poudre, extraction du produit à essayer comme décrit en 4.2, sans séparation préalable du liant (voir chapitre 7).

5 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer selon l'ISO 1512.

6 Séparation du pigment à partir de l'échantillon de peinture liquide

6.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Examiner et préparer l'échantillon pour l'essai selon l'ISO 1513. Retirer immédiatement toute peau présente. Homogénéiser soigneusement l'échantillon et, si nécessaire, le passer à travers un tamis de 150 µm de dimension nominale d'ouverture, afin d'éliminer toute peau restante et autres matières étrangères.

6.2 Réactifs

AVERTISSEMENT — Selon le solvant utilisé, des risques toxiques ou autres peuvent se présenter et les précautions nécessaires doivent être prises en considération.

Choisir un solvant permettant d'obtenir la séparation optimale des pigments. Le solvant choisi doit être enregistré et mentionné dans le procès-verbal d'essai selon l'ISO 3856.

Des exemples de solvants ou de mélanges de solvants appropriés sont donnés ci-après :

a) peintures diluées au solvant, encres d'imprimerie et produits similaires (méthode A) :

- Toluène/éthanol (4 + 1) (cas des peintures séchant à l'air)
- Xylène/butanol-1 (9 + 1) (cas des peintures séchant au four)
- Toluène (cas des peintures au caoutchouc chloré)
- Butanone-2 [Méthyléthylcétone] (cas des peintures nitrocellulosiques)

b) peintures émulsion à base de dispersions aqueuses de polymères (méthode B) :

- Acétone
- Trichloroéthane-1,1,1
- Tétrahydrofurane

c) plastisols et organosols à base de polychlorure de vinyle (PVC) et de ses copolymères et peintures à base d'autres dispersions non aqueuses de polymères (méthode C) :

- Tétrahydrofurane
- Cyclohexanone
- Cyclopentanone

6.3 Appareillage

Matériel et verrerie courants de laboratoire, et en particulier :

6.3.1 Centrifugeuse appropriée de laboratoire, avec tubes inertes de 50 ou 100 ml de capacité. Choisir de préférence une centrifugeuse pouvant produire une accélération centrifuge relative de 100 km/s².

6.3.2 Étuve ventilée, pouvant être maintenue à 105 ± 2 °C.

6.3.3 Récipient en verre, d'au moins 2 l de capacité, muni d'un bouchon.

6.4 Mode opératoire

6.4.1 Méthode A (peintures diluées au solvant, encres d'imprimerie et produits similaires)

Peser, à 10 mg près, un jeu (voir note 1) de tubes centrifugeurs (6.3.1). Verser, dans chaque tube, 10 à 20 g (voir note 2) de l'échantillon préparé, en prenant soin de ne pas en déposer sur les bords et la paroi du tube. Peser *immédiatement* les tubes et leur contenu, à 10 mg près. Remplir le tube à peu près à moitié avec le solvant choisi (6.2) et agiter soigneusement à l'aide d'une baguette en verre. Laver soigneusement chaque baguette avec le solvant, les solvants de nettoyage étant ensuite versés dans les tubes correspondants. Équilibrer les tubes centrifugeurs opposés, à 0,1 g près, en ajoutant du solvant tout en prenant soin de ne pas dépasser un niveau de liquide adéquat. Centrifuger jusqu'à séparation complète du liquide et du culot de pigment. Décanter la solution surnageante de l'ensemble des tubes formant un «jeu» (voir note 1) dans le récipient (6.3.3).

Ajouter une quantité supplémentaire de solvant dans chaque tube et agiter soigneusement comme décrit précédemment, en prenant spécialement soin de disperser complètement le culot de pigment. Centrifuger de nouveau et transvaser la solution dans le même récipient. Répéter encore trois fois l'addition de solvant, la centrifugation et le transvasement de la solution, en ayant pris soin auparavant de disperser le culot de pigment. Pour le traitement final du culot de pigment et pour accélérer le séchage, utiliser de l'acétone au lieu du solvant choisi. Ajouter l'acétone et mélanger, en prenant spécialement soin de disperser la totalité du culot de pigment. Centrifuger et transvaser la solution dans le récipient comme décrit précédemment. Conserver le récipient contenant le mélange des extraits en vue du mode opératoire décrit dans le chapitre 9.

Après s'être assuré de l'évaporation de l'excès d'acétone, placer les tubes centrifugeurs dans l'étuve (6.3.2) maintenue à 105 ± 2 °C et les y laisser séjourner pendant une durée minimale de 3 h. Retirer les tubes de l'étuve et les transférer dans un dessiccateur, puis les laisser refroidir à la température ambiante et peser chacun de ceux-ci à 10 mg près. Replacer les tubes dans l'étuve et les y laisser séjourner pendant une durée minimale de 1 h; les laisser refroidir à la température ambiante dans le dessiccateur et peser de nouveau. Répéter les opérations de chauffage, refroidissement et pesée jusqu'à ce que la différence entre les résultats de deux pesées successives ne dépasse pas 10 mg. Calculer la teneur en pigment de la peinture, exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon de peinture.

À la fin de la séparation, s'assurer que le culot de pigment séché peut être émietté facilement, ce qui indique que le liant a été extrait de façon satisfaisante. Si le culot reste cohésif, répéter tout le mode opératoire sur la peinture originale avec un solvant ou un mélange de solvants plus approprié.

NOTES

1 Les extractions ultérieures à l'acide devront être effectuées en double; par conséquent, prélever une masse suffisante de peinture et prendre un nombre suffisant de tubes de manière à obtenir au moins 10 g de pigment. Le nombre de tubes (habituellement quatre) nécessaires pour chaque échantillon constitue un «jeu».

2 La masse de peinture prélevée dépend de la capacité des tubes centrifugeurs employés et de la teneur présumée en pigment de la peinture.

6.4.2 Méthode B (peintures émulsion à base de dispersions aqueuses de polymères)

Effectuer la séparation comme décrit en 6.4.1, mais utiliser de l'acétone pour les traitements initial et final du culot de pigment, et le solvant choisi pour les cinq traitements intermédiaires du culot de pigment.

6.4.3 Méthode C [plastisols et organosols à base de polychlorure de vinyle (PVC) et de ses copolymères et peintures à base d'autres dispersions non aqueuses de polymères]

Effectuer la séparation comme décrit en 6.4.1, mais utiliser une masse d'échantillon telle qu'il puisse être dilué dans le solvant dans un rapport de 1 : 10. Ce rapport est nécessaire pour obtenir une durée de sédimentation pratique. Agiter soigneusement durant un temps suffisamment long, afin de transformer le polymère de l'état dispersé à l'état dissous, en utilisant un léger chauffage si nécessaire.

6.5 Solution d'essai à blanc

Préparer un mélange des solvants en utilisant les mêmes proportions que celles nécessaires à la séparation (6.4). Conserver le mélange comme solution à blanc pour les déterminations mentionnées dans le chapitre 9.

7 Préparation des peintures en poudre

Une séparation préalable du pigment d'avec le liant n'étant pas nécessaire (voir 4.4), extraire la prise d'essai (voir chapitre 5) selon le mode opératoire décrit en 8.2 ou 8.3. Si le matériau résiste à une dispersion dans l'acide chlorhydrique, ajouter un volume connu d'agent mouillant convenable.

8 Extraction acide des pigments et des peintures en poudre

NOTE — La masse du pigment à utiliser pour l'extraction peut être réduite, par exemple en raison de la teneur relativement élevée en métaux solubles. Dans ce cas, le volume du liquide d'extraction doit être modifié de manière que le rapport spécifié du pigment au liquide d'extraction soit conservé.

8.1 Préparation du pigment

Retirer les culots séchés de tous les tubes d'un jeu, obtenus selon le mode opératoire décrit en 6.4. Casser le culot avec pré-

caution en le mettant entre deux feuilles de papier glacé en appliquant soit une pression soit un mouvement de va-et-vient sans broyer. Émietter jusqu'à ce que le pigment passe à travers un tamis de 500 µm (voir la note). Veiller à ce que tout le pigment passe à travers le tamis et soit recueilli.

Mélanger le pigment tamisé, le placer dans un vase à peser, et transférer le vase dans l'étuve (6.3.2) maintenue à 105 ± 2 °C et l'y laisser séjourner durant 2 h. Conserver le vase à peser avec son contenu dans un dessiccateur jusqu'à l'extraction (8.2 ou 8.3).

NOTE — Une trop grande force appliquée peut détériorer la surface du pigment et donc conduire à des résultats variables. Si on aboutit à une mauvaise reproductibilité ou si la force nécessaire pour rompre le culot est excessive, il faudra revoir les méthodes d'extraction et de dispersion du culot.

8.2 Méthode pour l'extraction acide des métaux «solubles» [y compris le plomb quand la teneur totale en plomb de la peinture est inférieure à 1 % (m/m)] (rapport masse sur volume 1 : 15).

8.2.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau d'une pureté d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

8.2.1.1 Acide chlorhydrique dilué, $c(\text{HCl}) = 0,07$ mol/l.

8.2.1.2 Acide chlorhydrique concentré, dilué 1 + 1.

Diluer 1 partie en volume d'acide chlorhydrique ($\rho \approx 1,18$ g/ml) avec 1 partie en volume d'eau.

8.2.1.3 Éthanol, à 95 % (V/V) au minimum.

8.2.2 Appareillage

Matériel et verrerie courants de laboratoire, et en particulier :

8.2.2.1 Agitateur mécanique approprié (voir la note de 8.2.3).

8.2.2.2 pH-mètre et électrodes.

8.2.2.3 Membrane à filtrer, de pores de 0,15 µm de diamètre, ou autre filtre apte à donner un filtrat clair en 8.2.3 et 8.3.2.4.

8.2.2.4 Appareil à filtrer, pour la membrane à filtrer (8.2.2.3).

8.2.2.5 Bain-marie, pouvant être maintenu à 23 ± 2 °C.

8.2.3 Mode opératoire

Procéder à l'extraction du pigment préparé (8.1) ou de la peinture en poudre (chapitre 7) en double. Protéger la prise d'essai du rayonnement solaire direct durant l'extraction et avant l'analyse.

Peser $5,0 \pm 0,01$ g de l'échantillon dans un bécher propre et sec de 150 ml. Mouiller la prise d'essai [sauf s'il s'agit d'une peinture en poudre (voir chapitre 7)] avec 2 ml d'éthanol (8.2.1.3) ou la plus grande quantité minimale pour mouiller la prise d'essai, mettre en place l'agitateur (8.2.2.1) et ajouter 75 ml d'acide chlorhydrique dilué (8.2.1.1) porté auparavant à 23 ± 2 °C dans le bain-marie (8.2.2.5). Placer le bécher dans le bain-marie et mettre immédiatement en route l'agitateur (voir la note). Introduire les électrodes du pH-mètre (8.2.2.2) dans le mélange et, si nécessaire, ajuster le pH à celui de l'acide chlorhydrique dilué (8.2.1.1) à l'aide d'acide chlorhydrique concentré (8.2.1.2).

Poursuivre l'agitation durant 15 ± 1 min, en maintenant la température du mélange à 23 ± 2 °C pendant toute la durée de l'opération. Maintenir le pH du mélange en ajoutant avec précaution de l'acide chlorhydrique concentré (8.2.1.2). À l'issue de cette opération, laisser reposer le mélange durant 15 ± 1 min à 23 ± 2 °C. Filtrer ensuite à travers la membrane à filtrer (8.2.2.3) à l'aide de l'appareil à filtrer (8.2.2.4) et recueillir le filtrat passé dans les premières 10 min (qui doit être une solution claire) dans un récipient en verre approprié. Boucher immédiatement le récipient.

Conserver l'extrait filtré pour la détermination des divers métaux «solubles» comme décrit dans les parties appropriées de l'ISO 3856. Prélever des parties aliquotes appropriées à chaque détermination.

Procéder à la détermination, comme décrit dans les parties appropriées de l'ISO 3856, de la teneur en métal «soluble» du filtrat aussi rapidement que possible et, de toute façon, dans les 4 h qui suivent la préparation de l'extrait.

NOTE — Pendant toute la durée de l'extraction, la vitesse de l'agitateur doit être telle que le pigment reste en suspension et ne soit pas projeté.

8.3 Méthode pour l'extraction acide du plomb «soluble» [quand la teneur totale en plomb de la peinture est égale ou supérieure à 1 % (m/m)] (rapport masse sur volume 1 : 1 000)

8.3.1 Détermination préliminaire du plomb total

NOTE — Afin de maintenir constant le rapport de la masse de l'échantillon contenant le plomb au volume d'acide chlorhydrique servant à l'extraction, il est nécessaire de déterminer d'abord la teneur totale en plomb du pigment préparé (8.1) ou de la peinture en poudre (chapitre 7). À partir de la teneur totale en plomb, il est possible de calculer (8.3.2.1) la masse d'échantillon à prendre pour l'extraction.

8.3.1.1 Principe

Dissolution du pigment préparé ou de la peinture en poudre dans l'acide nitrique et le peroxyde d'hydrogène. Détermination de la teneur en plomb par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme selon l'ISO 3856/1.

8.3.1.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau d'une pureté d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

8.3.1.2.1 Acide nitrique, $\rho \approx 1,40$ g/ml, à environ 65 % (m/m).

8.3.1.2.2 Peroxyde d'hydrogène, solution à environ 30 % (m/m).

8.3.1.2.3 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,07$ mol/l.

8.3.1.3 Appareillage

Matériel et verrerie courants de laboratoire, et en particulier :

Plaque chauffante, avec régulation d'énergie.

8.3.1.4 Mode opératoire

8.3.1.4.1 Solution d'extrait

Effectuer les opérations sur le pigment préparé (8.1) ou sur la peinture en poudre (chapitre 7) en double.

Peser, à 1 mg près, environ 0,1 g de l'échantillon et le mettre dans une fiole conique de 150 ml. Ajouter 10 ml d'acide nitrique (8.3.1.2.1) et ensuite 2 gouttes de la solution de peroxyde d'hydrogène (8.3.1.2.2). Tournoyer pour mélanger et faire bouillir doucement sur la plaque chauffante (8.3.1.3) durant 5 min, en prenant garde de ne pas faire bouillir jusqu'à siccité (voir la note). Laisser refroidir légèrement et rincer les parois de la fiole avec environ 10 ml d'eau. Faire bouillir durant encore 5 min. Laisser refroidir, filtrer si nécessaire et transvaser quantitativement le contenu de la fiole dans une fiole jaugée à un trait de 250 ml. Ajouter de l'eau jusqu'au trait repère, fermer et bien mélanger. Cette solution est la solution d'extrait.

NOTE — Dans le cas des peintures en poudre, il peut être nécessaire d'appliquer un mode opératoire plus rigoureux pour dissoudre les pigments contenant du plomb en augmentant les doses d'acide nitrique et de solution de peroxyde d'hydrogène ainsi que le temps de chauffage.

8.3.1.4.2 Préparation de la solution d'essai

Prendre, de chaque solution d'extrait (8.3.1.4.1), une partie aliquote dont le volume dépend de la teneur présumée en plomb de l'échantillon (voir le tableau). Transvaser la partie aliquote dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml, ajouter de l'acide chlorhydrique (8.3.1.2.3) jusqu'au trait repère et bien mélanger.

Tableau

Teneur présumée en plomb	Partie aliquote
% (m/m)	ml
moins de 2	50
2 à 10	25
10 à 90	10

8.3.1.4.3 Préparation de la solution d'essai à blanc

Répéter le mode opératoire décrit en 8.3.1.4.1 mais sans mettre l'échantillon. Prendre une partie aliquote de la solution à blanc égale à celle de la solution d'extrait utilisée pour préparer la solution d'essai (8.3.1.4.2).

8.3.1.4.4 Détermination

Utiliser la solution d'essai et la solution d'essai à blanc obtenues respectivement en 8.3.1.4.2 et 8.3.1.4.3 comme solution

d'essai et solution à blanc selon l'ISO 3856/1, paragraphe 3.4.2.3. Déterminer leur teneur en plomb par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme selon l'ISO 3856/1.

Si les résultats en double diffèrent de plus de 2 % absolus, préparer de nouvelles solutions d'essai (8.3.1.4.2) et répéter les opérations.

8.3.1.5 Calcul

Calculer la teneur totale en plomb à l'aide de l'équation

$$T = \frac{2,5 c}{m_0 \times V}$$

où

c est la concentration de plomb, en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai obtenue à partir de la courbe d'étalonnage corrigée pour la solution des réactifs à blanc;

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.3.1.4.1);

T est la teneur totale en plomb du pigment préparé ou de la peinture en poudre, exprimée en pourcentage en masse;

V est le volume, en millilitres, de la partie aliquote de la solution d'extrait prélevée en 8.3.1.4.2.

Calculer la moyenne des deux résultats.

8.3.2 Extraction

8.3.2.1 Calcul de la masse de la prise d'essai

a) Pour les pigments

À partir de la teneur en pigments de la peinture liquide (voir chapitre 6) ainsi que de la teneur en plomb du pigment préparé, T , calculer la teneur totale en plomb de la peinture. Si cette teneur totale est égale ou supérieure à 1 % (m/m) de la peinture, calculer m_1 comme décrit ci-après et suivre le mode opératoire décrit en 8.3.2.4.

b) Pour les peintures en poudre

Si la teneur totale en plomb de la peinture en poudre est égale ou supérieure à 1 % (m/m), calculer m_1 comme décrit ci-après et suivre le mode opératoire décrit en 8.3.2.4.

Si T est la teneur totale en plomb du pigment préparé ou de la peinture en poudre (telle qu'elle est calculée en 8.3.1.5), calculer la masse de la prise d'essai pour la détermination de la teneur en plomb «soluble» à l'aide de l'équation

$$m_1 = \frac{60}{T} \times 0,5 = \frac{30}{T}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

T est la teneur totale en plomb du pigment préparé ou de la peinture en poudre, exprimée en pourcentage en masse;

60 est la teneur moyenne en plomb, exprimée en pourcentage en masse, des chromates de plomb types (voir la note de 4.2).

8.3.2.2 Réactifs

Voir 8.2.1.

8.3.2.3 Appareillage

Voir 8.2.2.

8.3.2.4 Mode opératoire

Procéder à l'extraction du pigment préparé (8.1) ou de la peinture en poudre (chapitre 7) en double. Protéger la prise d'essai du rayonnement solaire direct durant l'extraction et avant l'analyse.

Peser la prise d'essai (m_1) à 1 mg près dans un bécher propre et sec de 1 000 ml. Mouiller la prise d'essai [sauf s'il s'agit d'une peinture en poudre (voir chapitre 7)] avec 2 ml d'éthanol (8.2.1.3) ou la plus grande quantité minimale pour mouiller la prise d'essai, mettre en place l'agitateur (8.2.2.1) et ajouter 500 ml d'acide chlorhydrique dilué (8.2.1.1) porté auparavant à 23 ± 2 °C dans le bain-marie (8.2.2.5). Placer le bécher dans le bain-marie et mettre immédiatement en route l'agitateur (voir la note). Introduire les électrodes du pH-mètre (8.2.2.2) dans le mélange et, si nécessaire, ajuster le pH à celui de l'acide chlorhydrique dilué (8.2.1.1) à l'aide d'acide chlorhydrique concentré (8.2.1.2).

Poursuivre l'agitation durant 60 ± 1 min, en maintenant la température du mélange à 23 ± 2 °C pendant toute la durée de l'opération. Maintenir le pH du mélange en ajoutant avec précaution de l'acide chlorhydrique concentré (8.2.1.2). À l'issue de cette opération, laisser reposer durant 60 ± 1 min à 23 ± 2 °C. Filtrer ensuite à travers la membrane à filtrer (8.2.2.3) à l'aide de l'appareil à filtrer (8.2.2.4) et recueillir le filtrat passé dans les premières 10 min (qui doit être une solution claire) dans un récipient en verre approprié. Boucher immédiatement le récipient.

Conserver l'extrait filtré pour la détermination du plomb «soluble» selon l'ISO 3856/1. Prélever des parties aliquotes appropriées à chaque détermination.

Procéder à la détermination de la teneur en plomb «soluble» du filtrat aussi rapidement que possible et, de toute façon, dans les 4 h qui suivent la préparation de l'extrait.

NOTE — Pendant toute la durée de l'extraction, la vitesse de l'agitateur doit être telle que le pigment reste en suspension et ne soit pas projeté.

8.4 Solution d'essai à blanc

Prendre 75 ou 500 ml, comme il convient, d'acide chlorhydrique dilué (8.2.1.1) et, si nécessaire, ajouter 2 ml d'éthanol (8.2.1.3) (voir 8.2.3 et 8.3.2.4). Conserver cette solution pour les essais à blanc sur la partie de pigment de la peinture comme décrit dans les parties appropriées de l'ISO 3856.